

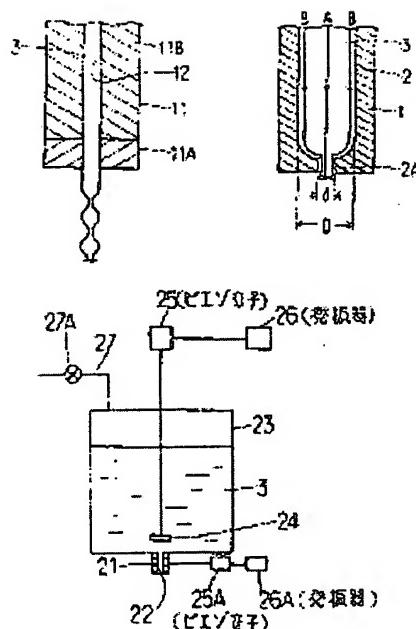
## MANUFACTURE OF METAL POWDER

**Patent number:** JP3162507  
**Publication date:** 1991-07-12  
**Inventor:** KUSAKA KATSUJI; others: 02  
**Applicant:** DAIDO STEEL CO LTD  
**Classification:**  
 - international: B22F9/08  
 - european:  
**Application number:** JP19890302832 19891120  
**Priority number(s):**

## Abstract of JP3162507

**PURPOSE:** To manufacture metal powder having good sphericity and narrow particle size distribution by giving molten metal vibration, generating standing wave to the dripped molten metal and making relative velocity between flow velocity of the dripped molten metal and circumferential atmosphere small at the time of manufacturing the metal powder by dripping and solidifying the molten metal from a nozzle in a vessel.

**CONSTITUTION:** At the time of manufacturing the metal powder by dripping and solidifying the molten metal 3 from a hole 22 of the nozzle 21 in the vessel 23 with gravity, etc., the vibration is given to longitudinal vibrating plate 24 in the molten metal 3 from a vibrator 26 through piezo element 25 and also traverse vibration is given to the nozzle 21 as the same way. Further, diameter (d) at tip part 2A in the hole 2 of nozzle 1 is made to smaller than diameter D of the hole 2, and by difference between flowing velocity A at center part and flowing velocity B at inner wall of the hole, the standing wave in axial direction is developed to the molten metal stream and further, current is periodically conducted between the upper part and lower part of nozzle 11, and by relative action with magnetic field caused by this, the shearing force is given to the molten metal stream flowing down from the nozzle to form neck part. Further by making small the relative velocity between the molten metal stream and the circumferential atmosphere, the metal powder having good sphericity and narrow particle size distribution range is manufactured.



⑫ Int. Cl. 5

B 22 F 9/08

機別記号

序内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)7月12日

C 7511-4K

審査請求 未請求 請求項の数 7 (全7頁)

## ⑭ 発明の名称 金属粉末製造方法

⑮ 特願 平1-302832

⑯ 出願 平1(1989)11月20日

⑰ 発明者 草加勝司 愛知県名古屋市千種区大島町3-28-2

⑰ 発明者 洞田充 愛知県知多市佐布里字下蛇渕7番地の38

⑰ 発明者 和田伸彦 愛知県名古屋市千種区不老町1

⑰ 出願人 大同特殊鋼株式会社 愛知県名古屋市中区錦1丁目11番18号

⑰ 代理人 弁理士 宇佐見忠男

## 明細書

## 1. 発明の名称

金属粉末製造方法

## 2. 特許請求の範囲

1. 金属もしくは合金の融体をノズルの孔から重力もしくは差圧力の作用下に滴下もしくは流下させつゝ凝固させる金属粉末製造方法において、該融体に振動を及ぼすことを特徴とする金属粉末製造方法

2. 該振動は該融体が充填されている容器もしくは該融体が滴下または流下されるノズルに及ぼされる特許請求の範囲1に記載の金属粉末製造方法

3. 該金属もしくは合金の融体をノズルの孔から滴下または流下させるに際し、該融体の粒子と周囲気体との相対速度を小さくして融体粒子を真球状に凝固させることを特徴とする特許請求の範囲1に記載の金属粉末製造方法

4. 金属もしくは合金の融体をノズルの孔から重力もしくは差圧力の作用下に滴下させつゝ凝固

させる金属粉末製造方法において、該融体流に平行な定常波を及ぼすこととする金属粉末製造方法

5. ノズルの孔の先端部分の径をそれ以外のところより細くすることによって該融体流に平行な定常波を発生させる特許請求の範囲4に記載の金属粉末製造方法

6. 該定常波はノズルの上部と下部との間に周期的な電流を流すことによって発生せられる特許請求の範囲4に記載の金属粉末製造方法

7. 該金属もしくは合金の融体をノズルの孔から流下させるに際し、該融体の粒子と周囲気体との相対速度を小さくして融体粒子を真球状に凝固させることを特徴とする特許請求の範囲4に記載の金属粉末製造方法

## 3. 発明の詳細な説明

## 〔産業上の利用分野〕

本発明は狭い粒度分布を有しつつなるべく真球状をなすような金属粉末を製造する方法に関するものである。

## 〔従来の技術〕

従来、金属粉末を製造する方法としては、金属もしくは合金の融体をノズルの孔から流下させると共に水を噴霧する水噴霧法、水に代えてガスを噴霧するガス噴霧法、該融体をノズルの孔から回転ディスク上に流下させて、その間に遠心力を及ぼす遠心噴霧法等がある。

## 〔発明が解決しようとする課題〕

上記水噴霧法やガス噴霧法にあってはノズルの孔から流下する該融体に不確定な水あるいはガスのせん断力を及ぼして粉末化するために粉末の粒度分布が広くなる。遠心噴霧法や振動法では上記水噴霧法やガス噴霧法よりは粉末の粒度分布が狭くなるが、例えばエレクトロニクス回路形成に使用するハンダ粉末等の特殊な用途では更に狭い粒度分布と小さい粒径とを有する金属粉末が要求される。

## 〔課題を解決するための手段〕

本発明は上記従来の課題を解決するための手段として、金属もしくは合金の融体をノズルの孔か

ら重力もしくは差圧力の作用下に滴下または流下させつゝ凝固させる金属粉末製造方法において、該融体に振動を及ぼす金属粉末製造方法を提供するものである。

以下に本発明を詳しく説明する。

本発明においてはノズルの孔から金属もしくは合金の融体を滴下または流下させるに際して、該融体に振動を及ぼすことによって金属粉末を製造する方法が提供される。

本発明に使用されるノズルとしては金属、セラミックス、合成樹脂等が材料として用いられるが、セラミックス、非素樹脂等の金属もしくは合金の融体との濡れ性が悪い材料を用いることが望ましい。何となればこのような材料を選択することによって融体がノズル孔から出た所で、該孔周囲に付着することにより生ずる融体粒子の形状が歪むことが防止されるからである。

該融体に振動を及ぼす手段としては下記の4つの手段がある。

## 〔1〕 融体容器および／またはノズルに振動を与

える手段

融体をノズルから滴下または流下させるには、通常第1図に示すように融体(3)を充填するための容器(23)の底部にノズル(21)を取り付けた装置が用いられるが、該容器(23)自体に振動源を連結して振動を与えるか、該容器(23)中に充填した融体(3)に振動子を設けて振動を与えるか、あるいはノズル(21)に振動源を連結して振動を与える。

## 〔2〕 ノズル形状による手段

第2図に示すようにノズル(1)の孔(2)の先端部分(2)Aの径 $\varnothing$ をそれ以外のところの径Dよりも細くすると、中心を流れる融体(3)の流れAはノズル(1)の孔(2)軸に沿い、周縁、即ち孔(2)の内壁近傍を流れる融体(3)の流れBはノズル(1)の孔(2)の径を細くされた先端部分(2)Aによって中心方向に指向せしめられる。更にそれによって融体(3)の流れAと流れBとには流速に差が生ずる。このような融体(3)の流れAと流れBとの流れ方向および流速の差によって融体流の軸方向および径方向に定常波を発生させることが出来る。即ち径方

## (3) (2) の手段に更に振動を付加する手段

上記第2図に示す唇状のノズル(1)の孔(2)から流出する融体流には上記したようにノズル形状に帰因する軸方向の定常波が発生するが、上記したように該定常波の波長 $\lambda$ はVに比例し一定には決らないので、更に該ノズルに軸方向即ち融体流に平行な振動を及ぼすことによって強制的に軸方向

の定常波を発生させる。このような強制的な積方向の定常波により棒状の融体流が該定常波の波長もしくは波長の整数倍で剪断されて整粒された球状の融体粒子となる。

#### (4) ノズル内に電流を流す手段

第3図に示すようにノズル(11)の先端部(11A)を導電性セラミックスまたは金属のような導電性材料で構成し、本体(11B)部分を導電性セラミックスまたは導電性プラスチックスのような導電性材料で構成して、該ノズル(11)の上部と下部(先端部(11A))との間に周期的に電流を流すと、ノズル(11)の孔(12)内を流れる融体(3)中に流れる電流と、それによってつくられる磁場との相互作用によって、該融体流に周囲的なくびれが生じ(ピンチ効果)、更に融体流の抵抗により発熱が起り、このような相乗作用によってノズル(11)の孔(12)から流下する融体流の速度が変化し、積方向に振巾の大きい波が発生する。したがって電流を周囲的に流す場合の周波数と、ノズル(11)の孔(12)の径とを適正に調整することによって整粒

された球状の融体粒子が得られる。

#### 【作用】

ノズルの孔から金属もしくは合金の融体を重力もしくは差圧力の作用下に滴下または流下させるとともに融体に振動を与える。ノズルの孔から滴下させる場合には振動により融体がノズルの孔の周縁に広く付着する前に粒子として強制的に分離される。またノズルの孔から融体を流下させる場合には棒状の融体流が形成されるが、このような棒状の融体流は主に表面張力、更にこれに従として粘性、慣性、重力エネルギー等の作用により分離されて融体粒子となる。該棒状の融体流の先端部の円柱状部分に着目し、該円柱状部分が2つの球状融体粒子に分離する場合、融体粒子が形成される条件は表面張力のみを考えれば(2つの球状融体粒子の表面積) × (円柱状部分の表面積)の条件が満足されることである。具体的に云えば例えば円柱状部分の長さ $\ell$ 、直径 $d$ とすると $\ell > 3 \cdot 5 d$ の場合には直径 $D = 1 \cdot 7 \sim 1 \cdot 8 d$ の二つの球状融体粒子に分離する。上記理論は静的エネル

ギーのみが及ぼされて分離する場合であるが、本発明では融体流に平行な定常波を該融体流に及ぼすことにより、上記分離を容易にしあつ粒度分布が狭く真球に近い形状の粒子が得られるようになる。

本発明においては更にノズルの孔から滴下された融体粒子または流下された融体流が分離して生じた融体粒子は落下する際に周囲の気体との衝突によりその真球形状を変形させてしまうおそれがある。そこで周囲の気体と落下する融体粒子の相対速度を出来るだけ小さくして、望ましくは0にすれば融体粒子は周囲の気体によって外力を及ぼされず、真球形状を維持しつゝ凝固する。

#### 【発明の効果】

したがって本発明においては極めて簡単な手段で略真球状でかつ粒度分布の狭く、粒径の小さい金属粉末が製造される。

#### 【実施例】

以下実施例により更に詳細に説明する。

#### 実施例1

第4図に本実施例に用いる装置を示す。図において、(23)は金属もしくは合金の融体(3)を充填する容器であり、該容器(23)の底部にはジルコニアを材料とするノズル(21)が取付けられ、該ノズル(21)の孔(22)の径は $30\text{ }\mu$ でその内面は平滑にされている。該容器(23)内には振動板(24)が挿入せられ、該振動板(24)はピエゾ素子(25)を介して発振器(26)に接続されている。更に該ノズル(21)には横振動を与えるためにピエゾ素子(25)を介して発振器(26)が接続されている。また該容器(23)の上部には加圧のためのアルゴンガス管路(27)が連結しており、該管路(27)にはバルブ(27A)が介在している。

上記容器(23)内に融点 $160^{\circ}\text{C}$ のB1添加ハンダの融体(3)を充填してアルゴンガス管路(27)のバルブ(27A)を開いてアルゴンガスを該容器(23)内に導入して $0 \cdot 3 \text{ kgf/cm}^2$ に加圧しつゝ、該融体(3)をノズル(21)の孔(22)から滴下させた。この際に第1表に示す方向、周波数、振巾を有する振動を発振器(26)からピエゾ素子(25)を介して振幅

動板(24)に与え、または発振器(26)Aからビエゾ素子(25)Aを介してノズル(21)に横振動を与えた。このようにして製造された金属粉末の平均粒径、粒度分布、球状度を第1表に示す。

試験 No.	縦振動		横・縦振動		平均粒径 (μ)	* <sub>1</sub> 粒度分布	* <sub>2</sub> 球状度
	f (kHz)	a (μ)	f (kHz)	a (μ)			
1	0.25	30			51	77	1.2
2	0.50	*			45	84	1.2
3	1.0	*			41	91	1.2
4	2.5	*			46	87	1.2
5	5.0	*			49	82	1.2
6			0.25	100	55	68	1.4
7			0.5	*	52	78	1.3
8			1.0	*	51	81	1.2
9			2.5	*	50	84	1.2
10			5.0	*	53	80	1.2
11	1.0	30	2.5	100	38	80	1.2
12	0	0	0	0	59	60	1.2

第1表

\*<sub>1</sub>: 平均粒径±20%の歩留りをみた。

\*<sub>2</sub>: 長径/短径の値をとった。

f: 周波数 a: 振巾

第1表にみるとように縦振動および/または横振動を融体に及ぼした試験No.1～11の粉末は振動を及ぼさない試験No.12の粉末に比して粒径の小さい、かつ粒度分布の狭いものとなる。

#### 実施例2

実施例1と同様に第4図に示す装置を用いアルゴンガスの加圧力を第2表に示すように増大させることによってノズル(21)の孔(22)からBi添加ハンダの融体を落下させつゝ、第2表に示すような周波数、振巾の縦振動を与えた。このようにして製造された金属粉末の平均粒径、粒度分布、球状度を第2表に示す。

(以下余白)

第2表

試験 No.	加圧力 kgf/cm <sup>2</sup>	融体流速 m/sec	縦振動		平均粒径 (μ)	* <sub>1</sub> 粒度分布	* <sub>2</sub> 球状度
			f (kHz)	a (μ)			
13	3	6.8	10	80	54	82	1.3
14	*	*	50	*	51	86	1.2
15	*	*	100	*	46	91	1.2
16	*	*	150	*	46	88	1.2
17	*	*	200	*	50	87	1.2
18	5	8.5	50	100	52	84	1.2
19	*	*	100	*	48	86	1.2
20	*	*	150	*	45	90	1.2
21	*	*	200	*	45	88	1.2
22	*	*	250	*	47	85	1.2
23	7	9.5	100	120	51	80	1.2
24	*	*	150	*	47	86	1.2
25	*	*	200	*	45	86	1.2
26	*	*	250	*	46	85	1.2
27	*	*	300	*	48	79	1.2
28			0	0	60	59	1.2

第2表にみるとように縦振動を与えた融体を落下させて得られる試験No.13～27の粉末は振動を及ぼさない試験No.28の粉末に比して平均粒径が小さく、かつ粒度分布も狭い。

#### 実施例3

第3図に示すノズル(11)(孔径30μ)から加圧3kgf/cm<sup>2</sup>にてBi添加ハンダの融体(3)を落下させつゝ、第3表に示すような周波数およびアンペアの電流をノズル(11)の上部と下部との間に流した。このようにして製造された金属粉末の平均粒径、粒度分布、および球状度を第3表に示す。

(以下余白)

第3表

試験 No.	電流		平均粒径 (μ)	粒度分布	球状度
	周波数 (kHz)	電流 (A)			
29	50	10	54	83	1.2
30	100	10	52	85	1.2
31	150	10	48	86	1.2
32	200	10	45	89	1.1
33	250	10	39	94	1.1
34	300	10	38	93	1.1
35	350	10	38	90	1.1

第3表をみるとノズル(11)の上部と下部との間に周期的な電流を流すことにより、平均粒径の小さい、また粒度分布の狭い粉末が得られ、特に電流の周波数が200kHz以上では真球に近い形状で粒径が小さく、かつ粒度分布も狭い粉末が得られる。

## 実施例4

本実施例に用いられる装置を第5図に示す。

図において、(33)は融体の容器であり、底部に第

2図に示すノズル(11)(孔径3.0μ)が取付けられており、該容器(33)は噴霧室(31)の上部に接着されている。そして該容器(33)と噴霧室(31)の上部にはアルゴンガスの供給路(34), (35)が夫々連絡し、該供給路(34), (35)には夫々バルブ(34)A, (35)Bが取付けられている。該噴霧室(31)はノズル(11)から落下される融体のジェット流から分離される融体粒子の落下速度と、噴霧室(31)の上部から供給路(32)を介して供給されるアルゴンガスの流速とが一致するように下部に行くにつれ径が縮小するテーパー形状にされ、下端には粉末の受け容器(36)が連絡している。更に該受け容器(36)の下端にはバルブ(37)Aを介して粉末の蓄蔵室(37)が連絡し、側部にはサイクロン分級器(38)が連絡している。該サイクロン分級器(38)はサイクロン(38)Aと、該サイクロン(38)Aにバルブ(38)Cを介して連絡する受け容器(38)Bとからなる。また噴霧室(31)の上部にはアルゴンガスの多孔分散板(39)が取付けられている。

上記装置において実施例1と同様なB1添加

ハンダの融体を容器(33)に充填し、第4表に示すような周波数およびアンペアの電流をノズル(11)の上部と下部との間に流すとともに該融体を落下させて粉末を製造する。この場合、バルブ(34)A, (35)Bを開いて容器(33)と噴霧室(31)とに夫々アルゴンガスを送通し、容器(33)内を3kgf/cm<sup>2</sup>に加圧してノズル(11)からの融体(3)の落下速度および噴霧室(31)内のアルゴンガスの落下速度を調節して、アルゴンガスの落下速度を該融体流から分離する融体粒子の落下速度と等しくさせる。即ちアルゴンガスの流速Vは噴霧室(31)のテーパー形状により加速せられるが、その加速の度合をV<sub>g</sub>+√2g<sub>z</sub>となるように該テーパー形状を設定する。こゝにV<sub>g</sub>は融体流の速度、g<sub>z</sub>は重力定数(9.80dyne/gr)、zはノズル(11)Aからの落下距離である。

(以下余白)

第4表

試験 No.	電流		平均粒径 (μ)	粒度分布	球状度	アルゴンガス
	周波数 (kHz)	電流 (A)				
36	200	10	41	90	1.05	送通する
37	250	10	38	95	1.05	"
38	300	10	38	94	1.05	"
39	350	10	38	92	1.05	"
40	200	10	45	88	1.2	置換のみ
41	250	10	39	94	1.2	"
42	300	10	38	93	1.2	"
43	350	10	38	90	1.2	"

第4表をみるとアルゴンガスを送通した試験No.36～39の粉末はアルゴンガスを置換したのみの試験No.40～43に比して真球形状により近い形状になり、また粒径も若干小さくなり、かつ粒度分布も若干狭くなる。

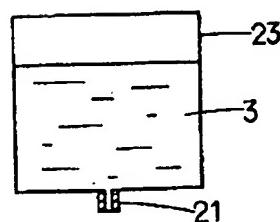
## 4. 四面の簡単な説明

第1図は融体の滴下または落下装置の説明図。

第2図はノズルの孔の先端部の構造をそれ以外のところより細くしたノズルの断面図、第3図は上部と下部との間に周期的な電流を流すためのノズルの先端部断面図、第4図は実施例1に用いられる装置の説明図、第5図は実施例3に用いられる装置の説明図である。

図中、(1),(11),(21)……ノズル、  
(2),(11),(21)……ノズルの孔、  
(25),(25A)……ピエゾ素子、  
(26),(26A)……発振器

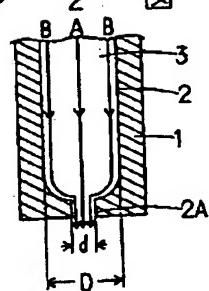
大 1 図



特許出願人 大岡特殊機株式会社

代理人 宇佐見忠男

大 2 図



大 3 図

